

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 64-038016

(43)Date of publication of application : 08.02.1989

(51)Int.Cl.

A61K 7/16

(21)Application number : 62-290332

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 17.11.1987

(72)Inventor : TSUJITA SATOSHI  
EGUCHI YASUTERU  
MAEDA AKITSUGU

(30)Priority

Priority number : 36128033    Priority date : 25.11.1986    Priority country : JP

## (54) GRANULE AND DENTIFRICE CONTAINING SAME

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain granules for tooth brushing, having particle diameters in a specific range, proper polishing force, whitening the teeth even by fine powder material, by integrating a water-soluble powder material having  $\leq$ about 10 $\mu$  maximum diameter with a water-insoluble inorganic binder.

CONSTITUTION: A water-soluble powder material (especially preferably zeolite) such as calcium secondary phosphate, red iron oxide or zeolite is integrated with a water-insoluble inorganic binder such as colloidal silica, kaolin, calcium silicate or alumina sol (especially preferably magnesium aluminate metasilicate or colloidal silica) to give granules. The granules for tooth brushing have a particle diameter size comprising  $\geq$ 80wt.% granules passing through analytical sieve mesh of No.32 but not through analytical sieve mesh of No.200, collapse in application of 0.1W10g load per granule and have effects recognizable by beautifying effects and touch of granules in the mouth.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭64-38016

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和64年(1989)2月8日

A 61 K 7/16

6971-4C

審査請求 未請求 発明の数 2 (全9頁)

⑬ 発明の名称 顆粒剤及びこれを含有する歯磨剤

⑭ 特 願 昭62-290332

⑮ 出 願 昭62(1987)11月17日

優先権主張

⑯ 昭61(1986)11月25日 ⑰ 日本(JP) ⑱ 特願 昭61-280331

⑲ 発 明 者	辻 田 敏	栃木県宇都宮市平松本町432-18
⑲ 発 明 者	江 口 泰 輝	千葉県船橋市山手2-9-1-401
⑲ 発 明 者	前 田 晃 嗣	栃木県宇都宮市平出町4065-4
⑲ 出 願 人	花 王 株 式 会 社	東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
⑲ 代 理 人	弁理士 有賀 三幸	外2名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

顆粒剤及びこれを含有する歯磨剤

## 2. 特許請求の範囲

1. 水不溶性粉末材料を水不溶性無機結合剤で結着させて得られる顆粒剤であつて、顆粒の80重量%以上がNo.32の分析篩メッシュを通過し、かつNo.200の分析篩メッシュを通過しない粒径サイズを有し、顆粒1個当り0.1~10gの荷重を加えたときに崩壊する顆粒剤。
2. 水不溶性粉末材料が第二リン酸カルシウム、第三リン酸カルシウム、不溶性メタリン酸ナトリウム、シリカ、水酸化アルミニウム、リン酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、ゼオライト、複合アルミノケイ酸塩、炭酸マグネシウム、ベンガラ、硫酸カルシウム及びそれらの混合物からなる群より選ばれたものである特許請求の範囲第1項記載の顆粒剤。
3. 顆粒の形状が実質的に球状である特許請求の範囲第1項記載の顆粒剤。

4. 噴霧造粒法により得られたものである特許請求の範囲第1項記載の顆粒剤。
5. 水不溶性粉末材料が、10 $\mu$ 以下の最大径を有する粒子が全体の80重量%以上を占めるような粒度分布を有するものである特許請求の範囲第1項記載の顆粒剤。
6. 更に0.01~10重量%の着色剤を添加したものである特許請求の範囲第1項記載の顆粒剤。
7. 着色剤が、群青又は酸化チタンである特許請求の範囲第6項記載の顆粒剤。
8. 水不溶性粉末材料がゼオライトである特許請求の範囲第1項記載の顆粒剤。
9. 水不溶性無機結合剤がコロイダルシリカ、メタケイ酸アルミン酸マグネシウム、ペントナイト、モンモリロナイト、カオリン、合成ケイ酸アルミニウム、ケイ酸カルシウム、水酸化アルミニウムゲル、アルミナゾル、炭酸マグネシウム、合成ヒドロタルサイト、酸化マグネシウム、水酸化マグネシウム及びそれらの混合物からなる群より選ばれたものである特許請求の範囲第

## 1 項記載の顆粒剤。

10. 水不溶性無機結合剤がケイ素化合物である特許請求の範囲第1項記載の顆粒剤。
11. 水不溶性無機結合剤がメタケイ酸アルミン酸マグネシウム及びコロイダルシリカである特許請求の範囲第1項記載の顆粒剤。
12. 水不溶性粉末材料を水不溶性無機結合剤で結着させて得られ、顆粒の80重量%以上がNo 32の分析篩メッシュを通過し、かつNo 200の分析篩メッシュを通過しない粒径サイズを有し、顆粒1個あたり0.1~10g荷重を加えた時に崩壊する顆粒剤を含有する歯磨剤。
13. 顆粒剤量が1~50重量%である特許請求の範囲第12項記載の歯磨剤。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、顆粒の審美的効果とさらには口の中での顆粒の感触により効果を認識できる歯磨用顆粒剤に関する。更に詳しくは、口の中で歯磨に配合した顆粒が触知できる程の強度を保持している

顆粒が崩壊したり辛うじて崩壊を免れても水分により軟化するため形態を保持できないか、たとえ保持できたとしても、まったく触知できず、顆粒の効果感を認知することができないという欠点を有している。斯かる欠点を改善するため、水不溶性の結合剤として種々の有機結合剤を用いる方法、例えば、ワックスに顔料を配合した顆粒剤とする方法（特開昭49-132249号、特開昭50-81594号）、あるいは炭酸カルシウム等の粉末を水不溶性でエタノール溶解性の結合剤で造粒する方法（特開昭58-126906号）等が知られている。しかしながらこれらの結合剤を用いて造粒した顆粒は、歯磨中では安定であるが、触知できるほどの硬度と大きさにすると口の中で不快な異物感として捉えられ、好ましくない。また顆粒剤は通常、湿式の押し出し造粒法や噴霧乾燥法で調製されるが、上記のワックスを用いる方法は、その何れの造粒法にも適さないなどという欠点があり、またエチルセルロースを有機溶媒に溶かして使用方法は、火災などの危険を伴う

にもかかわらず、不愉快な異物感を与えず、歯を磨いている過程で、除々に崩壊していく顆粒剤及びこれを含む歯磨剤に関する。

## 〔従来の技術およびその問題点〕

顆粒や顆粒状の物質を配合した歯磨剤は従来から知られている。かかる顆粒には、薬剤、酵素剤、研磨剤等の機能性材料を含有させたものや、その審美的効果を目的としたものがある。また従来の歯磨剤には歯磨直後には触知できるが、歯磨中に触知できなくなる顆粒剤や、最初から触知できず、肉眼視のみでその効果を訴えるものがある。これら顆粒の結合剤として水溶性結合剤や水不溶性結合剤が使われてきた。水溶性顆粒結合剤としては、各種高分子化合物、例えば、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等が使われている。しかし斯かる水溶性結合剤を用いて調製された顆粒剤は、医薬品等の乾燥した状態で使用する場合には支障がないが、水分を多量に存在する上記のような多水性組成物（歯磨剤、洗顔用化粧料等）では強度が著しく低下し、製造時の混合過程で顆

ため、これを防止するための設備及び厳格な操作を必要とするという欠点があつた。

## 〔問題を解決するための手段〕

本発明者は、上記の如き歯磨用顆粒剤およびこれを含む歯磨剤に関し、鋭意研究した結果、水不溶性粉末材料を水不溶性の結合剤で造粒し、一定の大きさの強度を保持した顆粒を配合した歯磨剤は、口の中で顆粒を触知でき、効果感を認識できるにもかかわらず、異物感をほとんど感じないことを見出し、本発明を完成するに至つた。より詳しくは、最大径が10μ以下程の研磨力の低い水不溶性粉末材料を水不溶性無機結合剤で結着させ、ある特定範囲の粒子径を有する顆粒剤を作成すれば、適度な研磨力が付与されて、微細な粉末材料でも歯を十分白くするだけの研磨力が得られることが分かつた。

すなわち本発明は、水不溶性粉末材料と水不溶性無機結合剤で結着させて得られる顆粒剤であつて、顆粒の80重量%以上が、No 32の分析篩メッシュを通過し、かつNo 200の分析篩メッシュ

を通過しない粒径サイズを有し、顆粒1個当たり0.1~10gの荷重を加えたときに崩壊する顆粒剤及びこれを含有する歯磨剤を提供するものである。

本発明の顆粒剤の製造に用いられる水不溶性粉末材料は、化粧品や歯磨剤や医薬品に使用されるものなら制限はなく、第二リン酸カルシウム、第三リン酸カルシウム、不溶性メタリン酸ナトリウム、シリカ、水酸化アルミニウム、リン酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、ゼオライト、複合アルミノケイ酸塩、炭酸マグネシウム、ベンガラ、硫酸カルシウム等、一般に歯の研磨剤として使用されているものであれば、いずれでもよい。粒子の大きさは0.1~20 $\mu$ の粒度分布、好ましくは10 $\mu$ 以下の最大径を有する粒子が全体の80重量%以上を占める粒度分布を有するものである。すなわち粒子径が小さく非常に低研磨性の粒子を造粒することで、歯の表面に強く吸着した着色ペリクルを除くだけの研磨力を生じさせ、歯を白くするものの、顆粒の崩壊後は、

ツクな性質を持つているものが加工しやすく、特にメタケイ酸アルミン酸マグネシウム、とコロイダルシリカが好ましい。これらの結合剤で造粒した顆粒剤は水分を含有してもその硬さを保持し、その硬さはこれら無機化合物の結合剤の種類と組合せて配合量および顆粒に製造条件によつて変化させることができる。その配合量は好ましくは、チキソトロピックな性質をもつ無機結合剤(賦型性結合剤、例えば、メタケイ酸アルミン酸マグネシウム、合成ケイ酸アルミニウム)は、水不溶性粉末材料に対し、30重量%以上とするのが良い。30重量%未満の場合には、噴霧を行つた場合、噴霧状態が悪くなる。顆粒の強度を著しく上昇させる無機結合剤(接着性結合剤、例えば、コロイダルシリカ、アルミナゾル)の場合、顆粒全量に対し0.5~30重量%配合することが望ましい。配合量が0.5重量%未満の場合、顆粒剤の強度の点で不十分となり、30重量%を超えると、噴霧乾燥等の壁面に顆粒が付着し清掃困難になつたり、噴霧ノズルが目づまりし、製造困難になる恐れが

研磨力が減少し、歯を傷つけないという特長を付与することができる。特に微細なゼオライトを用いた場合、その効果をもつとも適している。その理由は、一次粒子の径が小さいほどゼオライトは、イオン交換能がたかく、歯石予防効果があるが、これを造粒することで、適度な研磨力を付与することができるからである。

本発明の顆粒剤を製造するための結合剤は、水不溶性の無機化合物である。先行文献に水溶性および水不溶性の結合剤が記載されているが、水不溶性結合剤の場合、そのほとんどが有機結合剤であり、無機結合剤を記載しているものはない。具体的には、コロイダルシリカ、メタケイ酸アルミン酸マグネシウム、ベントナイト、モンモリロナイト、カオリン、合成ケイ酸アルミニウム、ケイ酸カルシウム、水酸化アルミニウムゲル、アルミナゾル、炭酸マグネシウム、合成ヒドロタルサイト、酸化マグネシウム、水酸化マグネシウムで、特にケイ素化合物が好ましい。すなわち、顆粒を噴霧造粒する場合、スラリー状態でチキソトロピ

ある。また、賦型性結合剤と接着性結合剤とを組み合わせることにより、所定の強度を維持しつつ粉末材料の種類及び量を自在に変化させ、種々の顆粒剤を得ることができる。これら無機結合剤で造粒した顆粒は、有機結合剤のそれとは異なり、最初、触知できるものの、みぞれ状の感触(シャリシャリ感)を与え、徐々に崩壊していき、効果感を認知できるという特徴を持つている。なお、上記水不溶性無機結合剤以外の結合剤を本発明の効果を増大する範囲で添加することができるが、水溶性有機結合剤は顆粒強度の低下を招き、油溶性有機結合剤は顆粒の感触が悪化し、好ましくない。

本発明の顆粒剤の調製に当つては、その粒径の調整が重要である。すなわち、一般に歯磨剤の研磨力は研磨剤の粒子径が30 $\mu$ m程度までは粒子径が大きくなるに従つて高くなるが、さらに粒子径を大きくしてもそれ以上に研磨力は上がらないことが知られている(COSMETIC SCIENCE, edited by M. M. BREUER, vol. 1, p 73-75,

1978, ACADEMIC PRESS)。これは粒子径が余りに大きいと研磨剤粒子が歯と歯刷牙の間に挟まらずに逃げてしまう為といわれる。しかし、いずれにせよ最高の研磨力を得るには粒子径が $30\mu\text{m}$ 以上あれば良いと考えられる。これは分析用篩のメッシュ№400(JIS規格;以下同じ)を通過しない粒子であれば良い。しかし、 $30\mu\text{m}$ 程度の粒子は肉眼的に認知する、あるいは口腔内で触知することは極めて困難である。この問題は分析用篩のメッシュ№200を通過しないような大きさの粒子を用いることで解決される。一方、粒子径があまりに大きいとざらつきが強くて使用感を悪くする。この問題は分析用篩のメッシュ№32を通過しない粒子を除くことで解決される。したがって、十分な研磨力を有し、かつこれを歯磨剤に配合した場合に使用感にすぐれたものであるためには分析用篩メッシュ№32を80%以上通過し、かつ、80%以上が№200を通過しないようなものであることが必要である。

また、本発明の顆粒剤においては、その顆粒の

強度も重要である。

顆粒の強度(硬さ)が一個あたり $0.1\text{g}$ 以下の荷重で崩壊してしまう場合、顆粒を認知することができない。また顆粒の強度が $10\text{g}$ 以上の荷重で崩壊しない場合、これを歯磨剤に配合した時、異物感としてしか感じれず、ブラッシングによつてもまったく崩壊せず、歯のエナメル質を傷つける恐れがある。上記のごとく本発明の顆粒の強度は、顆粒一個あたり $0.1\sim 10\text{g}$ の荷重で崩壊するものであり、好ましくは $1\sim 5\text{g}$ の荷重で崩壊するものである。また本顆粒剤を歯磨剤に配合しこれを用いてブラッシングした場合、その過程で崩壊することが予想され、これに伴い研磨力が低下し、一次粒子(水不溶性粉末材料)で研磨力のほとんどないものを選択すれば、長期間磨いても、楔状欠損等の為害性の少ない歯磨剤を作ることにも可能である。

上記したような粒径分布及び強度を有する顆粒は、無機結合剤の種類と組合せと配合量および顆粒の製造条件によつて変化させることができる。

本発明の顆粒剤を無機結合剤を用いて製造する場合、特に噴霧造粒法を採用することが好ましい。その理由としては、噴霧造粒した場合、その形状はほとんど真球となるため、歯磨ペースト中で肉眼視した時に感覚的な美しさと口腔内の触感が良好となる。これに対し、押し出し造粒法等の場合、角ばつた粒子が得られ、局所的に力がかかつた場合、歯を傷つける恐れがあるが、球形の場合、この頻度は少なくなる。いずれにせよ、物性のみならず、製造後のハンドリング等も含め、噴霧造粒法が顆粒の製造法として最も好ましい。

新しくして得られた本発明の顆粒剤は、水分を含む種々の組成物、例えばクリーム、軟膏等にも配合することができるが、特に好適には歯磨剤に配合することができる。

この顆粒剤は歯磨剤中に $1\sim 50$ 重量%、好ましくは $3\sim 30$ 重量%配合される。歯磨剤の調製は常法に従つておこなわれ、通常の歯磨剤に利用される他の成分を配合することができる。例えば粘結剤としてはカルボキシメチルセルロースナト

リウム、ポリアクリル酸ナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース、増粘性シリカ、モンモリロナイト、カラゲナン、アルギン酸ナトリウム、グアガム、ペクチンなどが使用出来る。また、界面活性剤としてはアシルグルタミン酸ナトリウムやアシルサルコシン酸ナトリウムなどのアシルアミノ酸の塩類、ラウリルリン酸ナトリウムなどのアルキルリン酸の塩類、蔗糖脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステルなどが使用出来る。また薬用成分としてアラントイン、トラネキサム酸、ビタミンE、ビタミンC、塩化ナトリウム、ニガリ、フッ化ナトリウム、フッ化錫、カルバゾクロム、プロポリス、グリチルレチン酸、クロルヘキシジン、塩化セチルピリジニウムなどが使用できる。

〔発明の効果〕

本発明の顆粒剤を歯磨剤中に配合し、使用した場合、口の中で顆粒を触知し、異物感をほとんど感じずに効果を認知できる。そして、この顆粒剤は多水分組成物に配合しても安定であり、一定の顆

粒強度を保つことができる。またブラッシング等の物理的操作により、この顆粒が徐々に崩壊していく過程で粒子径が小さくなるため研磨力が低下する現象を利用して、長時間磨いた時やブラッシング圧が強すぎた場合に起こる楔状欠損等の為害性の防止に利用できる。更に、水不溶性粉末材料としてゼオライトを用いて調製した歯磨剤は、高い歯石予防効果と歯の着色防止効果を兼ね備えた有利なものである。

#### 〔実施例〕

次に実施例を挙げ、本発明を更に詳しく説明する。

#### 実施例 1

- (i) 固形分としてゼオライト(4A型; 10 $\mu$ 以下の最大径を有するものが99.9wt%)を60重量部、無水ケイ酸(コロイダルシリカ)を10重量部、酸化チタンを2重量部及びメタケイ酸アルミン酸マグネシウム28重量部を含有する水スラリー(水の含有量は約60重量%)から噴霧造粒機により、顆粒剤を製

作を「粉化歯粉」と称する)。その後、No.200 $\mu$ の篩にサンプル瓶の内容物を移し、鉄球を取り除いてから、流水中にて75 $\mu$ 以下の粒状物を取り除いた。そして、このふるいの上に残った粒状物を110 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥してから、その重量を測定した。この結果は後記表2に示す。

- (ii) 顆粒の感触を評価するため200~300 $\mu$ の粒度の顆粒を表1の配合からなる歯磨剤に配合した。歯磨剤は、香料の安定化のため製造後1週間放置した。その後20人のパネラーにこの歯磨剤を使用してもらいその直後に顆粒の感触について評価した。ハブラシは通常のラウンドカットハブラシを用いた。顆粒の口腔内の認知度は、①…歯を磨き始めてから磨き終わるまで触知した。②…歯磨初期には顆粒を触知したが、歯磨中に触知できなくなつた。③…顆粒を触知できなかった。に分類した。顆粒の感触については5段階評価とし、①…良い、②…やや良い、③…どちら

造した。製造工程中、噴霧状態は極めて安定であつた。このものは、なめらかな球面を有する球状体であつて、分析用篩のメッシュNo.32を通過し、メッシュNo.200を通過しないものが全体の92重量%を占める。なお、顆粒強度は、得られた顆粒をふるいで分別し、同じ大きさ(約200 $\mu$ )の顆粒を一定個数(100~200個)、アクリルセルの中に図1のごとく顆粒が1層になるように入れ、上部にアクリル板をのせ、その上からプッシュプルゲージで荷重をかけ、顆粒の崩壊時の荷重を測定した。この荷重を試験に用いた顆粒数で割り、顆粒1個あたりの荷重をもとめ、これを顆粒強度とした。

- (iii) 次にこの顆粒の水系での安定性を検討するため、その3.0 $\phi$ を30mlのサンプル瓶に入れ、蒸留水25mlを加えて栓をして1日放置した。その後、サンプル瓶に鉄球を(直径7mmで質量3.6 $\phi$ を1個)入れ、栓をしたままに振とう機により5分間振とうした(この操

でもない、④…ややわるい、⑤…悪い、とした。この結果も後記表2に示す。

表 1

原 料 名	重 量 %
顆粒剤	15.0 %
グリセリン	10.0
ソルビツト液	30.0
イオタカラゼーナン	2.0
ラウリル硫酸ナトリウム	1.2
サツカリナトリウム	0.1
メチルパラベン	0.1
香 料	0.8
精製水	バランス
計	100.0 %

#### 実施例 2

固形分としてリン酸水素カルシウム(10 $\mu$ 以下の最大径を有するものが85重量%)を60重量部、無水ケイ酸(コロイダルシリカ)を10重量部、酸化チタンを2重量部及びメタケイ酸アル

ミン酸マグネシウム28重量部を含有する水スラリーから噴霧造粒機により顆粒剤を製造した。製造工程中、噴霧状態は極めて安定であつた。このものはなめらかな球面を有する球状体であつて、分析用篩のメッシュ№32を通過し、メッシュ№200を通過しないものが全体の90%以上を占める。この顆粒剤についても実施例1と同様に顆粒の強度、水系での安定性および強度比較、歯磨に配合した時の感触について評価した。

#### 実施例3

固形分としてゼオライト(4A型; 10μ以下の最大径を有するものが85重量%)を60重量部、メタケイ酸アルミン酸マグネシウム38重量部及び酸化チタン2重量部を含有する水スラリー(水の含有量は約60重量%である)から噴霧造粒機により顆粒を製造した。製造工程中、噴霧状態はきわめて安定であつた。このものは、なめらかな球面を有する球状体であつて、分析用篩のメッシュ№32を通過し、メッシュ№200を通過しないものが全体の87重量%を占める。この顆

(コロイダルシリカ)20重量部を含有する水スラリーから噴霧造粒機により顆粒剤を製造した。製造工程中に、噴霧状態は徐々に悪化し、噴霧ノズルがつまり、噴霧ポンプのモーターが故障したので製造を中止した。製造中止前に得られた顆粒はなめらかな球面を有する球状体であつて、分析用篩のメッシュ№32を通過し、メッシュ№200を通過しないものが全体の87重量%を占めるものであつた。

#### 比較例3

固形分として第二リン酸カルシウム(10μ以下の最大径を有するものが85重量%)60重量部、エチルセルローズ3重量部とこれに対して適量のアセトンを加え、混れんし、その後押し出し造粒機で顆粒を試作した。このものはおおよそ円柱状の角ばつた粒子で、分析用篩のメッシュ№32を通過し、メッシュ№200を通過しないものが全体の84重量%以上であつた。

粒剤についても実施例1と同様に顆粒の強度、水系での安定性および強度比較、歯磨を配合した時の感触について評価した。

#### 比較例1

固形分として第二リン酸カルシウム(10μ以下の最大径を有するものが85重量%)60重量部、メタケイ酸アルミン酸マグネシウム35重量部およびカルボキシメチルセルローズ塩<sup>重量</sup>5部を含有する水スラリーから噴霧造粒機により顆粒を製造した。製造工程中、噴霧状態はきわめて安定であつた。このものは、なめらかな球面を有する球状体であつて、分析用篩のメッシュ№32を通過し、メッシュ№200を通過しないものが全体の87重量%を占める。比較例についても以下、実施例と同じ評価を行つた。

#### 比較例2

固形分としてゼオライト(4A型; 10μ以下の最大径を有するものが99.9重量%)を30重量部、メタケイ酸アルミン酸マグネシウム30重量部、アルミナゾル20重量部および無水ケイ酸

表 2

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3
顆粒の強度 (g/個)		2.21	1.43	0.83	0.05以下 [測定不能]	11.30	1.31
粉化後待後、残存する顆粒量 [初期3.0g]		2.27	2.03	1.82	測定不能*1	2.70	1.78
顆粒を認知 (人数)	①	4	2	1	0	12	3
	②	16	15	14	5	8	16
	③	0	3	5	15	0	1
顆粒の感触*2 (人数)	①	4	1	2	0	2	0
	②	11	11	8	0	0	2
	③	4	3	3	4	2	6
	④	1	2	2	1	2	9
	⑤	0	0	0	0	14	2

\*1 比較例 1 の造粒物は、水中に放置した場合、かなり軟化し粒状物どうしが結着したものがかなり混在し、粒状物どうしが結着したものが、かなり多く測定不能であつた。従つて明らかに顆粒の強度は弱まり膨潤した状態であつた。

\*2 顆粒を認知できなかつた人については、顆粒の感触について質問しなかつた。

## 実験例 1

本発明品の顆粒入り歯磨の研磨性について粉末品と比較した。すなわち図 2 にしめすようなアクリル板をブラッシングマシンにセットした。歯磨剤は、蒸留水でうすめ、50%溶液とした後、この溶液 150ml をブラッシングマシンに注入し、荷重 640g でブラッシングを行つた。一定時間後、ブラッシング後アクリル板の摩損量を微量天秤で測定した。実験にもちいた歯磨剤は表 3 にしめす通りである。この結果は図 3 の通りである。

以下余白

表 3

原 料 名	本発明品	比較品
顆粒剤[実施例3で得たもの]	20.0 重量%	— 重量%
原料粉末*	—	20.0
グリセリン	10.0	10.0
ソルビット液	20.0	20.0
イオタカラゲーナン	2.0	2.0
ラウリル硫酸ナトリウム	1.2	1.2
サツカリナトリウム	0.1	0.1
メチルパラベン	0.1	0.1
香 料	0.8	0.8
精製水	バランス	バランス
計	100.0 重量%	100.0 重量%

## 原料粉末\*

実施例 3 の顆粒剤と同様の組成の粉末品である。すなわち顆粒の原料粉末を単にまぜあわしたものの。

図 3 の結果から明らかなように本発明品（顆粒品）の場合、粉末品に比べ初期の研磨力が強く顆粒が



ブラッシングにより崩壊するにつれて、その研磨力が減少し、粉末品と同程度になつていくことがわかる。

#### 実験例 2

表 3 減にしめす組成の歯磨を調製し、その清浄作用を調べた。その作用は、黒のマジックインキを塗布したガラス板を、被験組成物 1 g を用いハブラシでブラッシングし、肉眼的に見てガラス板上の黒のマジックインキが完全に除去された時のブラッシング回数で判定した。この結果を表 4 に示す。

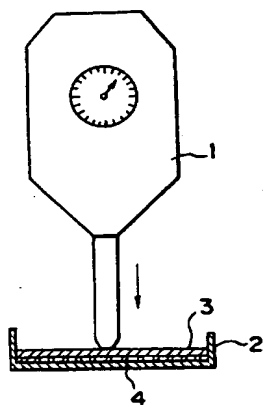
表 4

被験化合物	研磨作用 (10 回繰り返した時の平均)
本発明品	5.3 回
比較品	35.7 回

この実験結果は、本発明の顆粒剤が、粉末原料であるゼオライトが有しないような高い研磨力を持ち、清浄効果に優れていることを示している。

#### 4. 図面の簡単な説明

図 1



- 1: フッシュアルケージ
- 2: アクリルセル
- 3: アクリル板
- 4: 顆粒

図 1 は、顆粒強度を測定するために用いた装置の模式図である。

図 2 は、実験例 1 で用いたブラッシングマシンの斜視図である。

図 3 は、アクリル板の磨損量とブラッシング回数の関係を示す図面である。

以上

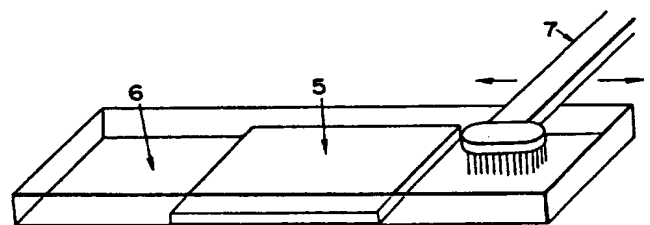
出願人 花王株式会社

代理人 弁理士 有賀 三 幸

弁理士 高 野 登志雄

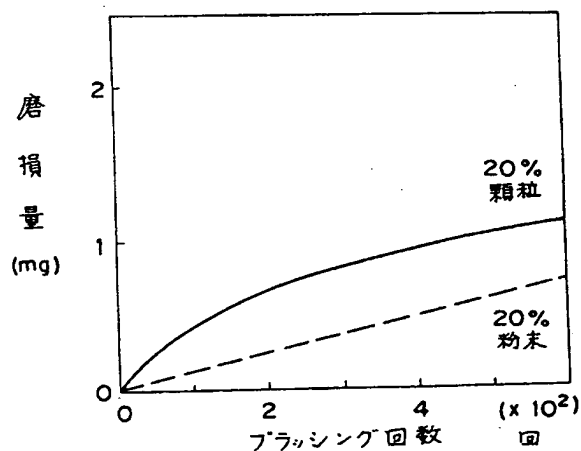
弁理士 小 野 信 夫

図 2



- 5: アクリル板
- 6: 歯磨剤
- 7: ブラシ

図 3



手続補正書(自発)

昭和62年12月22日

特許庁長官 小川 邦夫 殿

1. 事件の表示  
昭和62年特許願第290332号

2. 発明の名称  
顆粒剤及びこれを含有する歯磨剤

3. 補正をする者  
事件との関係 出願人  
名称 (091) 花王株式会社

4. 代理人  
住所 東京都中央区日本橋人形町1丁目3番6号(〒103)  
共同ビル 電話(669)0904代  
氏名 (6870) 弁理士 有賀三幸  
住所 同上  
氏名 (7756) 弁理士 高野登志雄  
住所 同上  
氏名 (8632) 弁理士 小野信夫

5. 補正命令の日付  
自 発

6. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

7. 補正の内容

(1) 明細書中、第9頁第6行

「合せて配合量および顆粒に製造条件に」とあるを

「合せ、配合量および顆粒の製造条件に」と訂正する。